

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-277405

(P2003-277405A)

(43) 公開日 平成15年10月2日 (2003.10.2)

(51) Int.Cl.⁷

識別記号

F I

データベース (参考)

C 0 8 F 2/00

C 0 8 F 2/00

E 4 J 0 1 1

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 3 頁)

(21) 出願番号 特願2002-89477(P2002-89477)

(22) 出願日 平成14年3月27日 (2002.3.27)

(71) 出願人 000006035

三菱レイヨン株式会社

東京都港区港南一丁目6番41号

(72) 発明者 知中 洋二

広島県大竹市御幸町20番1号 三菱レイヨン・エンジニアリング株式会社大竹事業所内

(72) 発明者 古田 眞二

広島県大竹市御幸町20番1号 三菱レイヨン・エンジニアリング株式会社大竹事業所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 付着防止方法

(57) 【要約】

【課題】 乳化重合を行う際に、重合体が重合槽に付着することを防止するための方法を提供すること。

【解決手段】 乳化重合に使用する重合槽の内壁面にバフ研磨および電解研磨を行い、内壁面におけるRmaxを0.5～1.2μmとすることを特徴とする重合体の重合槽への付着防止方法。バフ研磨に用いるバフは50～800番であることが好ましい。また、乳化重合が、ゴム質重合体もしくはゴム質重合体を含有するグラフト共重合体を製造するための乳化重合である場合に特に好適に用いられる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 乳化重合に使用する重合槽の内壁面にバフ研磨および電解研磨を行い、内壁面における R_{max} を $0.5 \sim 1.2 \mu m$ とすることを特徴とする重合体の重合槽への付着防止方法。

【請求項2】 バフ研磨に用いるバフが50～800番であることを特徴とする請求項1記載の重合体の重合槽への付着防止方法。

【請求項3】 乳化重合が、ゴム質重合体もしくはゴム質重合体を含有するグラフト共重合体を製造するための乳化重合であることを特徴とする請求項1又は2記載の重合体の重合槽への付着防止方法。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【発明の属する技術分野】本発明は、乳化重合を行う際に、重合体の重合槽内壁面への付着を防止する方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来より乳化重合は、種々の合成樹脂等を合成する方法として、広く用いられている。乳化重合は、一般に鉄製、SUS製の重合槽を用いて行われるが、乳化重合中に、重合体が重合槽の内壁面などラテックスと接触する部分にカレットとして付着する。この様なカレットの発生は、重合用原料の使用効率を低下させるだけでなく、重合後に重合槽からカレットを除去する必要がある、生産効率を低下させる要因ともなる。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】この様な重合槽への重合体の付着を防止する方法として、例えば特開平11-269204号公報には、重合槽の内壁面にバフ研磨を施した後、シラン系ポリマーを塗布する方法が記載されている。しかしながらこの様な方法によっても、乳化重合時に発生する重合槽への重合体の付着を十分に低減させることはできない。本発明は、この様な課題を解決するためになされたものであり、乳化重合を行う際に、重合体が重合槽に付着することを防止するための方法を提供することを目的とするものである。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明の要旨は、乳化重合に使用する重合槽の内壁面にバフ研磨および電解研磨を行い、内壁面における R_{max} を $0.5 \sim 1.2 \mu m$ とすることを特徴とする重合体の重合槽への付着防止方法にある。前述したバフ研磨に用いるバフが50～800番であることが好ましい。また、前述した乳化重合が、ゴム質重合体もしくはゴム質重合体を含有するグラフト共重合体を製造するための乳化重合である場合に、本発明は特に好適に用いられる。

【0005】

【発明の実施の形態】本発明で用いる重合槽は、例えば鉄製、ステンレス鋼製、クラッド鋼製等のものを用いる

ことができる。

【0006】本発明の方法は、重合槽を用いて乳化重合を行うことにより、乳化された重合体粒子を含むラテックスを製造する際に適用するものである。乳化重合を行う重合体としては、例えば、ブタジエンゴム、スチレン-ブタジエンゴム(SBR)、アクリロニトリル-ブタジエンゴム(NBR)等のゴム質重合体や、ABS樹脂、MBS樹脂、AES樹脂、AAS樹脂等のゴム質重合体を含有するグラフト重合体、或いはアクリル系重合体、ポリスチレン系重合体、スチレン-アクリロニトリル共重合体等の重合体が挙げられる。これらの内、重合体のカレットとして重合槽の内壁面に付着しやすいゴム質重合体、もしくはゴム質重合体を含有するグラフト共重合体を製造する際に、本発明は特に好適に用いられる。

【0007】本発明においては、重合槽内壁面の R_{max} が、 $0.5 \sim 1.2 \mu m$ となるよう研磨が行われる。本発明でいう R_{max} とは、表面の突起の最大高さであり、表面粗さの指標である。 R_{max} は触針式粗さ計により測定することができる。重合槽の内壁面の R_{max} を $0.5 \sim 1.2 \mu m$ とすることで、重合体の重合槽への付着を防止することができる。更に好ましくは、内壁面の R_{max} が $0.9 \mu m$ 以下であると、更に重合体の付着を低減することができる。

【0008】また、本発明においては、重合槽の内壁面にバフ研磨を行った後電解研磨を行う。バフ研磨の後更に電解研磨を行うことで、バフ研磨により発生した、重合槽の内壁表面の残留応力が減少するため、残留応力に起因する重合槽内壁面の腐食割れを低減できるので、重合体の重合槽内壁面への付着を更に防止することができる。

【0009】本発明で行うバフ研磨は、50～800番のバフを用いたバフ研磨が好ましく、更に好ましくは、320～500番のバフを用いるのがよい。50番より粗い粒子では重合体の付着が増加する傾向にあり、800番より細かい粒子ではコストが増大する傾向にある。なお、バフ研磨は研磨面に対して均等な力で行うことが好ましい。

【0010】本発明で行う電解研磨は、電気化学的反応に基づいて外部電流によって金属表面を平滑化及び光沢化する方法であり、重合槽に電解研磨を行う方法については特に限定されるものではなく、通常の方法により行うことができる。即ち、重合槽内に、無水酢酸、リン酸、グリセリンなどを用い、酸化力のある硫酸、過塩素酸、クロム酸等を加えた電解液を満たすとともに、重合槽を陽極に接続し、陰極を電解液中に浸漬して所定の外部電流を流すことにより、重合槽内壁面の電解研磨がなされる。このとき、電解液を特定の場所に滞留させないようにするとともに、所定の温度に管理することがこのましい。

【0011】本発明は、乳化重合に使用する重合槽の内壁面にバフ研磨および電解研磨を行い、内壁面における R_{max} を $0.5 \sim 1.2 \mu m$ とするものであるが、同様にラテックスを貯蔵する貯蔵タンク内壁面にバフ研磨および電解研磨を行い、内壁面における R_{max} を $0.5 \sim 1.2 \mu m$ とすると、ラテックス貯蔵中に重合体が貯蔵タンク内壁面に付着することにより発生するカレットを低減することができる。更には、ラテックスを移液する際に用いる配管の内壁面にバフ研磨および電解研磨を行い、内壁面における R_{max} を $0.5 \sim 1.2 \mu m$ とすれば、ラテックスの移液中に重合体が配管の内壁面に付着することにより発生するカレットをも低減することができる。

【0012】

【実施例】以下実施例により本発明を詳細に説明するが、本発明は本実施例に限定されるものではない。なお、実施例記載の重合槽内壁面の R_{max} は、触針式粗さ計により測定した。

【0013】<実施例1> SUS製 $30 m^3$ 重合槽の内壁面に、400番のバフ研磨を行った後、硫酸－リン酸－グリセリンよりなる電解液により電解研磨を行った。重合槽内壁面の R_{max} は、 $0.8 \mu m$ であった。この重合槽に、ブタジエン系ゴム質重合体を固形分として70質量部、オレイン酸カリウム1.5質量部、ナトリウムホルムアルデヒドスルホキシレート0.6質量部を重合槽に仕込み、内温を $70^\circ C$ に保持してメチルメタクリレート7.5質量部、エチルアクリレート1.5質量部及びクメンハイドロパーオキシサイド0.027質量部の

混合物を1時間かけて滴下した後1時間保持した。その後得られた重合体の存在下で、スチレン15質量部及びクメンハイドロキシパーオキシサイド0.045質量部の混合物を1時間かけて滴下した後3時間保持した。しかる後、その後得られた重合体の存在下で、メチルメタクリレート6質量部及びクメンハイドロキシパーオキシサイド0.018質量部の混合物を0.5時間かけて滴下した後1時間保持し、グラフト重合体の重合を完了した。重合槽内のラテックスを $50^\circ C$ まで冷却した後、重合槽からラテックスを引き抜き、重合槽内壁面に付着した重合体のカレットを採取し、これを乾燥して秤量したところ、カレットの質量は、乳化重合により得られた全重合体(引き抜いた乳化重合ラテックスから回収された重合体の質量と、重合槽内壁面に付着した重合体の質量の合計が100質量%)中の0.1質量%であった。

【0014】<比較例1>バフ研磨のみを行い、 R_{max} を $1.0 \mu m$ とした重合槽を用いた以外は、実施例1と同様に乳化重合を行った。重合槽内のラテックスを $50^\circ C$ まで冷却した後、重合槽からラテックスを引き抜き、重合槽内壁面に付着した重合体のカレットを採取し、これを乾燥して秤量したところ、カレットの質量は、乳化重合により得られた全重合体中0.3質量%であった。

【0015】

【発明の効果】本発明の方法によれば、乳化重合を行う際、重合体の重合槽内壁面への付着を低減することができる。これにより、重合用原料の使用効率が向上するとともに、重合体の生産効率を向上させることができる。

フロントページの続き

(72)発明者 村岡 逸巳
広島県大竹市御幸町20番1号 三菱レイヨン・エンジニアリング株式会社大竹事業所内

Fターム(参考) 4J011 EC01 KB25

PAT-NO: JP02003277405A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 2003277405 A
TITLE: METHOD FOR PREVENTING
ADHESION
PUBN-DATE: October 2, 2003

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
HATANAKA, YOJI	N/A
FURUTA, SHINJI	N/A
MURAOKA, ITSUMI	N/A

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
MITSUBISHI RAYON CO LTD	N/A

APPL-NO: JP2002089477
APPL-DATE: March 27, 2002

INT-CL (IPC): C08F002/00

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for preventing that a polymer adheres to a polymerization vessel in performing an emulsion polymerization.

SOLUTION: This method for preventing the adhesion of the polymer to the polymerization vessel is characterized by performing a

buffing and an electrolytic machining on the inner wall surface of the polymerization vessel used for the emulsion polymerization to make 0.5-1.2 μ m Rmax at the inner wall surface. A buff used for the buffing is preferably of a No.50-800 grade. The method is especially preferably used in the emulsion polymerization for producing a rubbery polymer or a graft copolymer containing the rubbery polymer.

COPYRIGHT: (C)2004,JPO